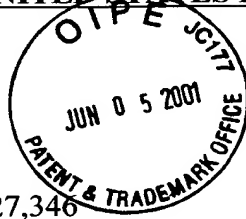


IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re Application of:

SHIMIZU et al.

Application No. 09/827,346



Filed: April 6, 2001

For: FLAME RETARDING POLYPROPYLENE FIBER AND
PRODUCTION METHOD THEREOF AND FLAME
RETARDING POLYPROPYLENE FILM

CLAIM TO PRIORITY UNDER 35 U.S.C. § 119

Assistant Commissioner for Patents
Washington, D.C. 20231

Sir:


Applicants in the above-identified application, through the undersigned attorney, hereby request that the above-identified application be treated as entitled to the right accorded by Title 35, U.S. Code, § 119, having regard to the application, which particulars are set out below:

| <u>Prior Foreign Application(s)</u> | <u>Country</u> | <u>Day/Month/Year Filed</u> |
|--|-----------------------|------------------------------------|
| 2000-104600 | Japan | 6 April 2000 |
| 2001-084944 | Japan | 23 March 2001 |

SHIMIZU et al - Application No. 09/827,346

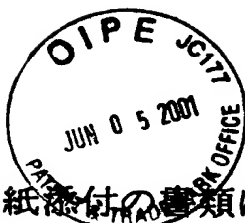
Respectfully submitted,

FITCH, EVEN, TABIN & FLANNERY

By: 
Kendrew H. Colton
Registration No. 30,368

FITCH, EVEN, TABIN & FLANNERY
Suite 1600
120 South LaSalle Street
Chicago, Illinois 60603-3406
Telephone: (202) 419-7000
Facsimile: (202) 419-7007

June 5, 2001



日 本 国 特 許 庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年 4月 6日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-104600

出 願 人

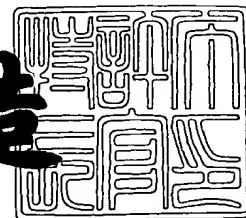
Applicant (s):

三菱レイヨン株式会社

2001年 4月13日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3029043

【書類名】 特許願

【整理番号】 N00031

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 D01F 06/04

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通り四丁目 1 番地 2 号 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 清水 喜茂

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通り四丁目 1 番地 2 号 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 山本 洋

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県豊橋市牛川通り四丁目 1 番地 2 号 三菱レイヨン株式会社豊橋事業所内

【氏名】 坂倉 秀夫

【特許出願人】

【識別番号】 000006035

【氏名又は名称】 三菱レイヨン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100091948

【弁理士】

【氏名又は名称】 野口 武男

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011095

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

特 2 0 0 0 - 1 0 4 6 0 0

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9704250

【書類名】 明細書

【発明の名称】 難燃性ポリプロピレン繊維及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 リン酸エステル系難燃剤が 0.5～3.0 重量%と、NOR 型ヒンダードアミン系安定剤が 0.5～3.0 重量%とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 2】 繊維強度が 4.0 cN/dtex 以上であることを特徴とする請求項 1 記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 3】 JIS No. L-1091 D 法の接炎試験に則って 5 つの試料について測定した接炎回数の平均値が 4 回以上であり、且つ 5 つの試料の接炎回数には 3 回以下の結果を含まないことを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 4】 前記リン酸エステル系難燃剤は、芳香族系ポリホスフェートであることを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 5】 前記 NOR 型ヒンダードアミン系安定剤は、アルコキシル基（-OR）の R が炭素数 5～12 のシクロアルキル基であることを特徴とする請求項 1～4 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 6】 耐光安定剤として紫外線吸収剤を 0.3 重量%未満含有することを特徴とする請求項 1～5 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 7】 前記ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント糸であることを特徴とする請求項 1～6 のいずれかに記載の難燃性ポリプロピレン繊維。

【請求項 8】 メルトフロレート値が 5～50 g/10 分であるポリプロピレン樹脂に、ヒンダードアミン系安定剤を 0.5～3.0 重量%と、リン酸エステル系難燃剤を 0.5～3.0 重量%とを混合し、紡出して未延伸糸を形成し、次いで延伸倍率 2～7 倍、延伸温度 50～100℃の範囲で延伸し、更に 60～140℃の温度で熱セットすることを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【 0 0 0 1 】

【発明の属する技術分野】

本発明は、十分な強度を有し、且つ高度の難燃性をも兼ね備えたポリプロピレン繊維とその製造方法とに関する。例えば、屋外で養生ネットとして土木、建築現場等に好適に用いることのできる難燃性ポリプロピレン繊維とその製造方法とに関するものである。

【 0 0 0 2 】

【従来の技術】

従来から難燃性能を有するポリプロピレン系繊維製品として、例えばポリプロピレン繊維より構成された繊維製品に、後加工によりハロゲン系難燃剤を付与したものが一般的である。或いは、例えばポリプロピレン樹脂に予め難燃剤を添加して溶融紡糸する繊維に難燃剤を練り込んだタイプの難燃性繊維も知られている。

【 0 0 0 3 】

近年では、環境面から燃焼時にも有毒ガスが発生することのない非ハロゲン系難燃剤を使用することが求められている。非ハロゲン系難燃剤を使用した製品として、例えば特開平 9 - 3 1 0 0 4 8 号公報に開示されているポリオレフィン系難燃性粘着テープが開示されている。同テープはポリオレフィン系樹脂と難燃剤とを主体としたテープ基材に粘着剤を設けている。前記テープ基材は、ポリオレフィン系樹脂に対して難燃剤として無機系難燃剤と、耐候剤としてヒンダードアミン系化合物と、耐候助剤としてヒドロタルサイト化合物とを配合し、混練、分散してシート化して製造される。前記無機系難燃剤としては、水酸化マグネシウム、水酸化アルミニウム、酸化スズ、酸化アンチモン、赤リン等が挙げられている。

【 0 0 0 4 】

また、例えば特開平 7 - 1 0 2 1 2 8 号公報には、フィルム、シート、パイプ、容器、電線、ケーブル等の成形品の用途に用いられる、耐熱性に優れた架橋性難燃組成物が開示されている。同組成物は、ポリオレフィン系樹脂を含む所定の樹脂材料と難燃剤と赤リンとが所定の割合で配合されている。前記難燃剤として

はハロゲン系難燃剤、リン系難燃剤、無機系難燃剤などの添加型難燃剤が挙げられている。また、赤リンを配合することにより、さらに高度の難燃性を付与できるとしている。

【 0 0 0 5 】

例えば、特開平 1 1 - 6 0 8 3 7 号公報には難燃性に優れたスタンバブルシートを製造するのに適した難燃化ポリプロピレンコンパウンドが開示されている。同難燃化ポリプロピレンコンパウンドは、ポリプロピレンに対し難燃剤として金属水和物が特定量含まれている。このように、金属水和物を特定量配合することにより、室温での粉碎によっても、粉碎品（コンパウンド）の融着によるメッシュ目詰まりが抑制できるとしている。

【 0 0 0 6 】

しかし、これらの難燃剤を使用して難燃性能を得た製品は、難燃剤が極めて高濃度で配合されている。具体的には、樹脂成分を 1 0 0 重量部としたときに、特開平 9 - 3 1 0 0 4 8 号公報に開示されているポリオレフィン系難燃性粘着テープでは 3 0 ~ 2 0 0 重量部、特開平 7 - 1 0 2 1 2 8 号公報の架橋性難燃組成物では 5 ~ 2 0 0 重量部、特開平 1 1 - 6 0 8 3 7 号公報の難燃化ポリプロピレンコンパウンドでは 5 0 ~ 2 0 0 重量部である。

【 0 0 0 7 】

これら公報に開示されている樹脂材料はいずれも、シートや各種の成形品であって、繊維としての用途は意図していない。従って、難燃剤を上述のように極めて高濃度で添加していても強度的に問題はないが、かかる樹脂材料を繊維用途とした場合には、物性的に低強度の繊維しか得られない。

さらにポリプロピレン繊維においては繊維物性を持続させるために一般に耐光安定剤が添加されているが、この耐光安定剤は難燃剤により死活し、経時的な強度低下が著しいという大きな問題がある。

【 0 0 0 8 】

一方、国際公開第 W O 9 9 / 0 0 4 5 0 号（P C T / U S 9 8 / 1 3 4 6 9 号）公報には、耐光安定剤と知られているヒンダードアミン系化合物のうち、特にその N O R 型の化合物が難燃性能を示すことを開示している。また、同公報には

、このNOR型ヒンダードアミン系化合物は多様な樹脂材料に添加できるものであり、その実施例ではポリプロピレン繊維の難燃剤としてNOR型ヒンダードアミン系化合物を0.25～1.0重量%を添加することが開示されている。NOR型ヒンダードアミン系化合物のみを1%含有したポリプロピレン繊維が、従来の繊維に用いられる難燃剤として広く知られた臭素酸系難燃剤のみを3%含有するポリプロピレン繊維と同等の難燃性能を示すとしている。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】

なお、同公報ではプロピレン繊維を含む各種繊維に対して、様々なNOR型ヒンダードアミン系化合物を含有量を変化させて添加し、それらの難燃性能について検討を行っている。しかしながら、この国際公開公報では初期難燃性能以外の性能、例えば繊維強度や難燃性能の持続性などについては検討がなされておらず、当然にその記載もない。更に、国際公開公報ではNOR型ヒンダードアミン系化合物にリン系化合物、ハロゲン系化合物などの他の難燃剤を組合せ、その総量が0.5～20重量%とすることが記載されている。しかし、このときの難燃剤の添加対象樹脂製品は、繊維に限らず、例えばフィルムなどの成形品をも含んでいる。しかも、ポリプロピレン繊維に難燃剤を組み合わせて含有させたときの具体的な検討はなされていない。

【0010】

また、こうして難燃剤として機能するNOR型ヒンダードアミン系化合物は光安定剤としての機能も有するため、同NOR型ヒンダードアミン系化合物は経時的に両機能を低下させていき、長期間にわたって所要の難燃性能を維持することができない。

【0011】

そこで本発明は上述したような従来技術の問題を解決すべくなされ、長期間にわたって優れた難燃性能を維持できると共に、養生ネット等の建築資材用途として要求される繊維強度と十分に備え、且つ燃焼しても有害ガスを発生することのない非ハロゲン系のポリプロピレン難燃繊維とその製造方法とを提供することを目的としている。

【 0 0 1 2 】

【課題を解決するための手段及び作用効果】

上述の問題を解決するために本発明者らが鋭意検討を行った結果、ポリプロピレン繊維に、リン酸エステル系の難燃剤とNOR型ヒンダードアミン系の安定剤とを特定範囲で含有させることにより、長期間にわたって高度の難燃性能を維持でき、且つ実用上充分である繊維強度をも兼ね備えたポリプロピレン難燃繊維が得られることを見出した。

【 0 0 1 3 】

すなわち、本件請求項1に係る発明は、リン酸エステル系難燃剤が0.5～3.0重量%と、NOR型ヒンダードアミン系安定剤が0.5～3.0重量%とを含有することを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維である。

【 0 0 1 4 】

本発明のポリプロピレン繊維としては、プロピレンホモポリマーを主体とする繊維以外にも、プロピレンと他の α -オレフィンモノマー、例えばエチレン、ブテン-1等とのコポリマーなど、溶融可能なポリプロピレン樹脂を主体とする繊維をも含むものである。

【 0 0 1 5 】

本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、繊維中の重量の割合として、0.5～3.0重量%のリン酸エステル系難燃剤と、0.5～3.0重量%のNOR型ヒンダードアミン系安定剤（以下、「HALS系安定剤」と略記する。）とを含有していることが重要である。リン酸エステル系難燃剤及びNOR型HALS系安定剤の含有量が上述の範囲内にあれば、リン酸エステル系難燃剤の難燃性能をNOR型HALS系安定剤により促進させることができる。

【 0 0 1 6 】

これは、ポリプロピレンの燃焼過程では固相中でポリマー主鎖が切れアルキルラジカル（ $R\cdot$ ）が生じ酸素と反応、即ち燃焼するものであるが、このとき、NOR型HALS系安定剤はポリマーから発生するアルキルラジカルを補足することで酸素との反応を抑制するものと推定され、それにより難燃性能が得られるものと考えられる。なお、従来のNH型や NCH_3 型のHALS系安定剤はNOR

型のHALS系安定剤に比べてアルキルラジカルとの反応速度が遅いため、NOR型HALS系安定剤を含有する場合のような難燃性能は発現しない。

【0017】

このように、NOR型ヒンダードアミン系安定剤とリン酸エステル系難燃剤との相乗的な効果によりリン酸エステル系難燃剤の含有量が少なくても優れた難燃性能を確保できるため、リン酸エステル系難燃剤の含有量を低く抑えて必要十分な繊維強度を確保できる。また、たとえNOR型HALS系安定剤による難燃効果が経時的に低減しても、リン酸エステル系難燃剤によってその難燃性能が補完され、所要の難燃性能を維持できる。

【0018】

すなわち、本発明はリン酸エステル系難燃剤の含有量を0.5～3.0重量%と大幅に削減することが可能となり、しかも同リン酸エステル系難燃剤の含有量が極めて少ないにもかかわらず、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維にはNOR型HALS系安定剤との相乗的な効果により高度の難燃性を付与することができると共に、繊維として十分な強度をも備えることができる。従って、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は、通常に使用される自動車内装材やカーペット等の屋内用のみならず、養生シートとして土木、建築現場等屋外で用いることも可能であり、幅広い用途で利用が可能となる。

【0019】

前記リン酸エステル系難燃剤は0.5～3.0重量%含有することが必要であり、更には、0.5～2.0重量%含有されていることが好ましい。同リン酸エステル系難燃剤の含有量が0.5重量%未満であると、NOR型HALS系安定剤との相乗効果が得られず難燃性能が不十分となり、一方、含有量が3.0重量%を越えると繊維の強度低下が著しくなる。

【0020】

前記ポリプロピレン繊維に含有されているNOR型HALS系安定剤は、その含有量を0.5～3重量%とすることが必要である。更には、NOR型HALS系安定剤が1.0～2.0重量%含有されていることが好ましい。前記NOR型HALS系安定剤の含有量が0.5重量%未満であると、十分な難燃性能を得る

ためにはリン酸エステル系難燃剤の含有量を多くしなければならないため、十分な繊維強度が得られなくなる。一方、NOR型HALS系安定剤の含有量が3重量%を超えても、リン酸エステル系難燃剤の難燃性能を向上させる効果は期待できないばかりでなく、むしろ製糸性を損なうといった不都合が生じる結果となる。

【0021】

本件請求項2に係る発明は、難燃性ポリプロピレン繊維の繊維強度が、4.0 cN/dtex以上であることを特徴としている。

繊維強度が4.0 cN/dtex未満では繊維強力が不足し、養生ネット等の建築資材用途で展開する繊維製品として必要な物性を満足できない。

【0022】

本件請求項3に係る発明は、難燃性ポリプロピレン繊維が、JIS No. L-1091 D法の接炎試験に則って5つの試料について測定した接炎回数の平均値が4回以上であり、且つ5つの試料の接炎回数には3回以下の結果を含まないことを特徴としている。

【0023】

なお、JIS No. L-1091 D法の接炎試験とは以下のとおりである。即ち、幅100mm、質量1gの試験片を幅100mmに丸めて、直径0.5mmの硬質ステンレス銅線からなる内径10mm、線相互間隔2mm、長さ150mmの試験片支持コイル内に挿入して、燃焼試験箱内に45°の傾斜に保持する。試験片の最下端にマイクロバーナーの炎を接触させ、試験片が溶融しつつ燃焼を停止するまでマイクロバーナーの位置を固定して加熱する。更に残った試験片の最下端にマイクロバーナーの炎が接触するよう同バーナーを移動し前回と同様に加熱する。試験片の下端から90mmのところ溶融し燃焼するまで同様の操作を繰り返し、その接炎回数を測定する。

【0024】

JIS No. L-1091 D法の接炎試験に則って5つの試料について測定した接炎回数の平均値が4回未満では難燃性能としては不十分であり、また5つの試料の接炎回数の測定結果の中に3回以下の結果が含まれる場合は、難燃性

能の安定性が不十分である。

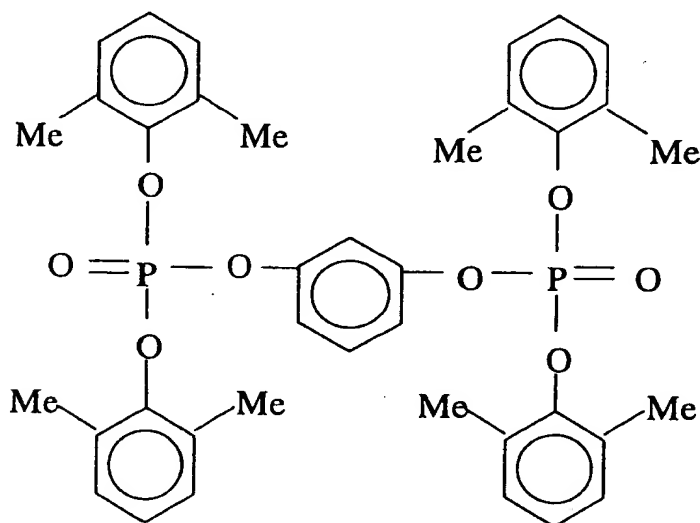
【0025】

前記リン酸エステル系難燃剤として、具体的には、芳香族系ポリホスフェート、脂肪族ポリホスフェート等が挙げられる。このリン酸エステル系難燃剤は、250℃で分解したり変性することがなく、ポリプロピレン樹脂に練り込みが可能なリン酸エステル系難燃剤であれば特に限定されるものではないが、本件請求項4に係る発明によれば、前記リン酸エステル系難燃剤は、芳香族系ポリホスフェートであることを特徴としている。

【0026】

特に、次の化学式1に示す構造で示される芳香族系ポリホスフェートを採用することが好ましく、この芳香族系ポリホスフェートは、少量を添加した時にも十分な難燃性能を示す優れた適性を有している。

【化1】



【0027】

本件請求項5に係る発明では、前記NOR型ヒンダードアミン系安定剤は、アルコキシル基（-OR）のRが炭素数5～12のシクロアルキル基であることを特徴としている。

なお、前記NOR型HALS系安定剤は耐光安定剤としても機能するため、経

時的に死活し、繊維中のHALS系安定剤の含有量は経時的に減少する。その結果、同HALS系安定剤のリン酸エステル系難燃剤との相乗効果も低下し、難燃性能も経時的に低下することは否めない。

【0028】

そこで、難燃性能の経時的な低下を防ぐために、ポリプロピレン繊維に紫外線吸収剤を含有させることが望ましい。このように耐光安定剤として紫外線吸収剤を併用することによって、耐久性に優れた難燃性ポリプロピレン繊維を得ることができる。

【0029】

本件請求項6に係る発明では、耐光安定剤として紫外線吸収剤を0.3重量%未満含有することを特徴としている。更には、前記紫外線吸収剤の含有量は0.1～0.3重量%の範囲が好適である。なお、前記紫外線吸収剤としては、一般に使用されるベンゾトリアゾール系、ベンゾフェノン系、ベンゾエート系およびシアノアクリレート系等の紫外線吸収剤から任意に選択できる。特にベンゾフェノン系紫外線吸収剤が好適に用いられる。

【0030】

本件請求項7に係る発明は、前記ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント系であることを特徴としている。前記難燃性ポリプロピレン繊維がマルチフィラメント系である場合は、布帛にしたときの強度や布帛の緻密性などに優れているため特に好ましい。

【0031】

しかしながら、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維は短繊維、長繊維の何れでもよく、長繊維はモノフィラメント系、マルチフィラメント系の何れの糸状であってもよい。また、本発明の難燃性ポリプロピレン繊維の繊度は特に制限はなく任意の繊度が利用できる。難燃性ポリプロピレン繊維の繊維断面形状は、円形断面、中空断面、三角等の異型断面であっても良い。

さらに、繊維物性を害さない範囲で、着色顔料、分散剤、蛍光増白剤、艶消剤、滑剤、帯電防止剤、抗菌剤等、他の添加剤を配合してあっても良い。

【0032】

上述したような本発明の難燃性ポリプロピレン繊維を製造するために、本件請求項 8 に係る発明は、メルトフロレート値が 5 ～ 5 0 g / 1 0 分のポリプロピレン樹脂に、ヒンダードアミン系安定剤が 0 . 5 ～ 3 . 0 重量%と、リン酸エステル系難燃剤が 0 . 5 ～ 3 . 0 重量%とを混合して、紡出して未延伸糸を形成し、次いで延伸倍率 2 ～ 7 倍、延伸温度 5 0 ～ 1 0 0 ℃ の範囲で延伸し、更に 6 0 ～ 1 4 0 ℃ の温度で熱セットすることを特徴とする難燃性ポリプロピレン繊維の製造方法を提供する。

【 0 0 3 3 】

前記ポリプロピレン樹脂にヒンダードアミン系安定剤やリン酸エステル系難燃剤、更に必要に応じて紫外線吸収剤を混合させる方法としては、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂にヒンダードアミン系安定剤、リン酸エステル系難燃剤、及び紫外線吸収剤を添加して溶融紡糸する方法がある。或いは、難燃剤の分散性を考慮すれば、予め、ヒンダードアミン系安定剤、リン酸エステル系難燃剤、及び紫外線吸収剤をそれぞれ高濃度でポリプロピレン樹脂に添加したマスターバッチ（以下、「MB」と記す。）をそれぞれに作成し、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに、ヒンダードアミン系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の各MBを、上述した所要の含有量となるようにブレンドして溶融紡糸する方法が好ましい。

【 0 0 3 4 】

なお、マスターバッチにおけるヒンダードアミン系安定剤やリン酸エステル系難燃剤の添加量は、1 . 5 ～ 6 0 重量%であることが好ましい。マスターバッチにおける安定剤や難燃剤の添加量が 6 0 重量%を越えるとマスターバッチの作成が難しく、マスターバッチの粒径が不揃いになり製糸段階で不調を来す原因となる。

【 0 0 3 5 】

前記ポリプロピレン樹脂のメルトフロレート値は、繊維強度を考慮して 5 ～ 5 0 g / 1 0 分の範囲で設定することが好ましい。より好ましくは 1 0 ～ 3 0 g / 1 0 分である。なお、本発明におけるメルトフロレート値とは、J I S No. K - 7 2 1 0 に準拠して、試験温度 2 3 0 ℃、試験荷重 2 . 1 6 K g の測定条件

で測定している。

【 0 0 3 6 】

前記メルトフロレート値が 5 g / 1 0 分未満であると、熔融紡糸する際、十分な製糸性を確保するために紡糸温度を高く設定する必要がある、ポリオレフィン樹脂に添加する着色用顔料や難燃剤等が変質し着色または変色するといった不都合が生じる。一方、前記メルトフロレート値が 5 0 g / 1 0 分より高いと低強度の繊維しか得られない。

【 0 0 3 7 】

前記紡糸温度は 2 1 0 ~ 2 5 0 °C であることが好ましい。前記紡糸温度が 2 1 0 °C 未満であると、メルトフロレート値が 5 0 g / 1 0 分のポリプロピレン樹脂を使用しても低強度の繊維しか得られず、また、2 5 0 °C より高いとポリオレフィン樹脂に添加する着色用顔料や難燃剤等が変質し着色または変色する。

【 0 0 3 8 】

熔融紡糸により得られた未延伸糸は、次いで、延伸倍率 2 ~ 7 倍、好ましくは 4 ~ 7 倍、延伸温度 5 0 ~ 1 0 0 °C の範囲で延伸し、さらに 6 0 ~ 1 4 0 °C の温度で熱セットする。

【 0 0 3 9 】

延伸延伸倍率が 2 倍未満では、得られた繊維の強度が低く、伸度が高くなる。延伸倍率が 7 倍を越えると製糸性が悪化する。また、延伸温度が 5 0 °C 未満では、高倍率延伸ができず繊維強度が低く、製糸安定性も悪化する。一方、延伸温度が 1 0 0 °C を越えると、製糸安定性が低下する。

【 0 0 4 0 】

熱セットについては、熱板方式又は熱ローラー方式のどちらでも採用可能である。熱セット温度が 6 0 °C 未満では得られる繊維に収縮が残り、産業資材等の製品として加工後、製品の寸法安定性が悪化する。一方、熱セット温度が 1 4 0 °C を越えると製糸性が低下する。

【 0 0 4 1 】

なお、本発明の方法では、熔融紡糸された未延伸糸を巻き取ることなく、熔融紡糸した繊維を連続して延伸する SDW 等、いわゆる直接紡糸延伸法でも繊維化

が可能である。

【 0 0 4 2 】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の実施の形態について、具体的なデータを挙げて説明する。

図 1 は、NOR 型 HALS 系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を単独で含有させたポリプロピレンマルチフィラメント系の、前記 NOR 型 HALS 系安定剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【 0 0 4 3 】

前記 NOR 型 HALS 系安定剤をポリプロピレン樹脂に高濃度で添加したマスターバッチ (MB) を作成し、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに同 MB を、前記 NOR 型 HALS 系安定剤の含有量が 0 ～ 4 重量%になるようにブレンドして溶融紡糸し、熱延伸を行い、難燃性能および繊維強度を測定した。

【 0 0 4 4 】

NOR 型 HALS 系安定剤の含有量が 1.5 重量%で最大の難燃性能を示し、同 NOR 型 HALS 系安定剤を 2 重量%以上含有しても難燃性能は横這いで、繊維強度が低下する傾向にある。このグラフからは、NOR 型 HALS 系安定剤は上述したように、それ自体が難燃性能を有するものであるが、その難燃性能は本発明の難燃性繊維が必要とする難燃性能の水準には及ばないことがわかる。

【 0 0 4 5 】

図 2 は、リン酸エステル系難燃剤として、化学式 1 に示す構造の芳香族系ポリホスフェートである大日精化工業株式会社製の「PPMMZ 20121」を単独で含有させたポリプロピレンマルチフィラメント系の、前記リン酸エステル系難燃剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【 0 0 4 6 】

前記リン酸エステル系難燃剤をポリプロピレン樹脂に高濃度で添加したマスターバッチ (MB) を作成し、溶融紡糸直前にポリプロピレン樹脂のペレットに同 MB を、前記リン酸エステル系難燃剤の含有量が 0 ～ 7 重量%になるようにブレンドして溶融紡糸し、熱延伸を行い、難燃性能および繊維強度を測定した。

【 0 0 4 7 】

リン酸エステル系難燃剤は、7.0重量%含有させても難燃性能が目標とする接炎回数4回には及ばない。一方、繊維強度は難燃剤の添加量の増加とともに低下する傾向にあり、含有量が3重量%を超えると繊維強度の低下は大きくなることがわかる。

【 0 0 4 8 】

以下、本発明について具体的な実施例を挙げて詳細に説明する。

なお、繊維の難燃性は次のようにして評価した。

＜燃焼試験法＞

評価試験器

- ・スガ試験株式会社製 燃焼試験器
- ・形式「FL-45M」

試料の作成方法

- ・本発明の難燃性ポリオレフィン繊維を筒編機により編地に作成
- ・筒編機で作成した編地を1gずつ調整したものを準備

繊維製品の燃焼性試験方法（JIS No. L-1091）

- ・D法（接炎試験） 45° コイル法
- ・直径10mmのコイル内に試料1gを100mmに調整し挿入する
- ・試料を挿入したコイルを45° に傾斜する
- ・試料の最下部にマイクロバーナーで着火する
- ・試料の90mmの所が燃焼するまで繰り返し接炎する
- ・試料の90mmの所が燃焼するまでの回数を接炎回数とする
- ・5回の測定で接炎回数が全て3回以上である場合、難燃性があるといえる。

【 0 0 4 9 】

〔実施例1〕

予めベンゾフェノン系紫外線吸収剤を0.1%添加した、メルトフロレート値が30g/10分のポリプロピレン樹脂に、NOR型HALS系安定剤としてチバ・スペシャルティ・ケミカルズ社製の「CGL-116L」を1.5%、リン酸エステル系難燃剤を1.0%の割合で混合したものを原料として使用した。

押出機温度が 2 3 0℃、紡糸頭温度が 2 2 5℃に調整された熔融紡糸機を使用して熔融し、孔径 0. 8 mm の円形 2 4 ホールの紡糸口金により賦型し、引き取り速度 3 0 0 m / 分で巻き取った。さらに、この未延伸繊維を延伸倍率 5. 0 8 倍、延伸温度 8 0℃で延伸し、熱セット温度 1 3 5℃で熱セットしてポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。このときの製糸安定性は良好であった。

【 0 0 5 0 】

得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。繊維強度は 5. 9 9 c N / d t e x であり養生ネット等の建築用途として十分に使用可能な強度を備えている。また、難燃性能も 5 つの試料の平均値が 5. 2 回と極めて高い。更にこのポリプロピレンマルチフィラメント糸をフェードメーター試験機の中で 6 3℃× 8 0 0 時間処理した後の繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。処理後には繊維強度が 4. 3 5 c N / d t e x、難燃性能が 4. 6 回といずれも若干低下はしているが、その低下の度合いは少ない。即ち、難燃性能の経時的な変化が小さく耐久性に優れている。

【 0 0 5 1 】

〔実施例 2 ～ 6〕

H A L S 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量と延伸倍率とを表 1 に示す値に変更した以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。

実施例 2 ～ 6 はいずれも、繊維強度が 4. 0 c N / d t e x 以上であり、また難燃性能も平均値が 4 回以上であり、且つ 5 つの試料の接炎回数が 4 回以上である優れた難燃性能を備えている。但し、リン系エステル系難燃剤の含有量が多くなると繊維強度が低下している。

【 0 0 5 2 】

〔実施例 7〕

紫外線吸収剤を含有させない以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の繊維強度及び難燃性能を表 1 に示す。繊維強度は 5. 9 9 c N / d t e x であり、難燃性能も 5 つの試料の平均値が 5. 4 回と極めて高く、実施例 1 と同等の結果が得られた。しかしながら、得ら

れたポリプロピレンマルチフィラメント糸を実施例 1 と同一条件にてフェードメーター試験機の中で処理した後は、繊維強度が 4. 0 0 cN / d t e x、難燃性能も平均値が 4. 2 回と、実施例 1 よりも若干劣り、実施例 1 に比べて耐久性が僅かに劣るものではあるが、実用に際しては問題のない程度である。

【 0 0 5 3 】

〔比較例 1〕

メルトフロレート値が 3 0 g / 1 0 分のポリプロピレン糸の樹脂だけを用いて NOR 型 HAL S 系安定剤及びリン系難燃剤を含有させず、また、延伸倍率を 6. 4 6 に変更した以外は実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。

得られた繊維の繊維強度は 6. 0 3 cN / d t e x と高いが、難燃性能は平均値が 1. 2 回と極めて低い。

【 0 0 5 4 】

〔比較例 2 ～ 5〕

NOR 型 HAL S 系安定剤及びリン酸エステル系難燃剤の含有量と延伸倍率を変更した以外は、実施例 1 と同一条件でポリプロピレンマルチフィラメント糸を得た。得られた繊維の繊維強度および難燃性能を表 1 に示した。

いずれも、繊維強度と難燃性能の両方とも目標値を満足する難燃繊維は得られなかった。特に比較例 3 はリン酸エステル系難燃剤の含有量が 1 0 重量% と多いにもかかわらず、NOR 型 HAL S 系安定剤を含有させていないため、難燃性能は平均値が 3. 6 と低い。このことから、NOR 型 HAL S 系安定剤とリン酸エステル系難燃剤との相乗効果による難燃性能の向上が認められる。

【表 1】

特2000-104600

| | NOR型 HALS系安定剤 (wt%) | リン酸 エステル系難燃剤 (wt%) | 紫外線吸収剤 (wt%) | 延伸倍率 | 評価1(71-1'-9-処理前) | | 評価2(71-1'-9-処理後) | |
|-------|---------------------------|--------------------------|-----------------|------|-------------------|-------------------------|-------------------|-------------------------|
| | | | | | 繊維強度 (cN/dtex) | 難燃性能(接炎回数) 平均値 (n=5) | 繊維強度 (cN/dtex) | 難燃性能(接炎回数) 平均値 (n=5) |
| 実施例-1 | 1.5 | 1.0 | 0.1 | 5.86 | 5.99 | 5.2 (6, 5, 5, 5, 5) | 4.35 | 4.6 (5, 4, 5, 4, 5) |
| 実施例-2 | 1.0 | 3.0 | 0.1 | 5.08 | 4.43 | 4.6 (5, 4, 4, 5, 5) | | |
| 実施例-3 | 1.2 | 3.0 | 0.1 | 5.08 | 4.20 | 4.8 (5, 4, 5, 5, 5) | | |
| 実施例-4 | 1.4 | 3.0 | 0.1 | 5.04 | 4.18 | 5.2 (5, 5, 5, 5, 6) | | |
| 実施例-5 | 1.5 | 2.0 | 0.1 | 5.48 | 5.44 | 6.0 (7, 5, 6, 6, 6) | | |
| 実施例-6 | 2.0 | 1.0 | 0.1 | 5.80 | 5.90 | 5.4 (5, 6, 5, 5, 6) | | |
| 実施例-7 | 1.5 | 1.0 | 0.0 | 5.86 | 5.99 | 5.4 (6, 5, 5, 6, 5) | 4.00 | 4.2 (5, 4, 4, 4, 4) |
| 比較例-1 | 0.0 | 0.0 | 0.1 | 6.46 | 6.03 | 1.2 (1, 1, 2, 1, 1) | | |
| 比較例-2 | 5.0 | 0.0 | 0.1 | 5.88 | 5.82 | 2.8 (2, 3, 3, 3, 3) | | |
| 比較例-3 | 0.0 | 10.0 | 0.1 | 4.20 | 3.10 | 3.6 (4, 3, 3, 4, 4) | | |
| 比較例-4 | 0.3 | 3.0 | 0.1 | 5.12 | 4.22 | 2.6 (2, 3, 3, 3, 2) | | |
| 比較例-5 | 1.5 | 0.3 | 0.1 | 6.12 | 5.98 | 2.8 (3, 3, 3, 2, 3) | | |

71-1'-9-処理条件: 63°C x 800hrs

【 0 0 5 5 】

以上、説明したように、本発明によれば、ハロゲン系難燃剤を含まず環境的に優しい素材であり、繊維用途として十分な繊維強度を有すると共に良好な難燃性能を備え、更には経時的な強度低下も少ない難燃性ポリプロピレン繊維が提供される。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

NOR型HALS系安定剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

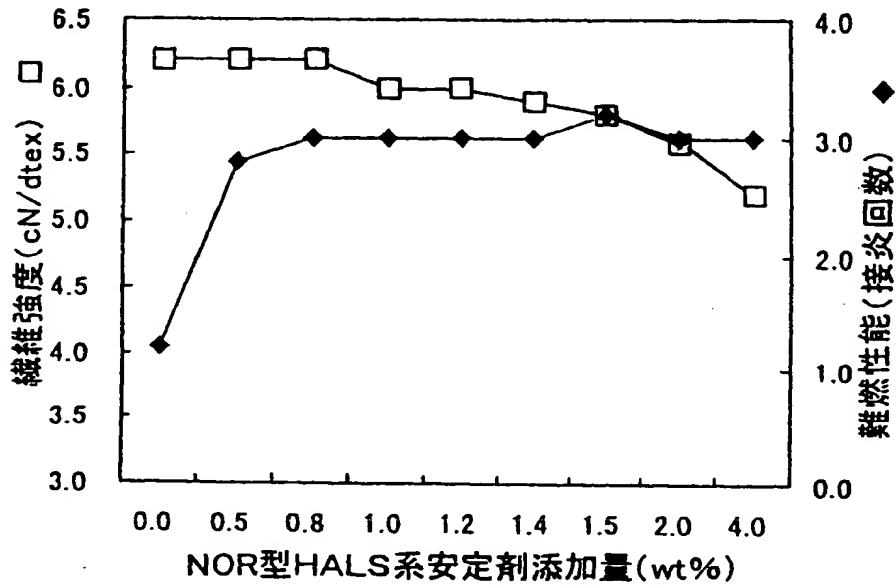
【図 2】

リン酸エステル系難燃剤の含有量と難燃性能及び繊維強度の関係を示すグラフである。

【書類名】 図面

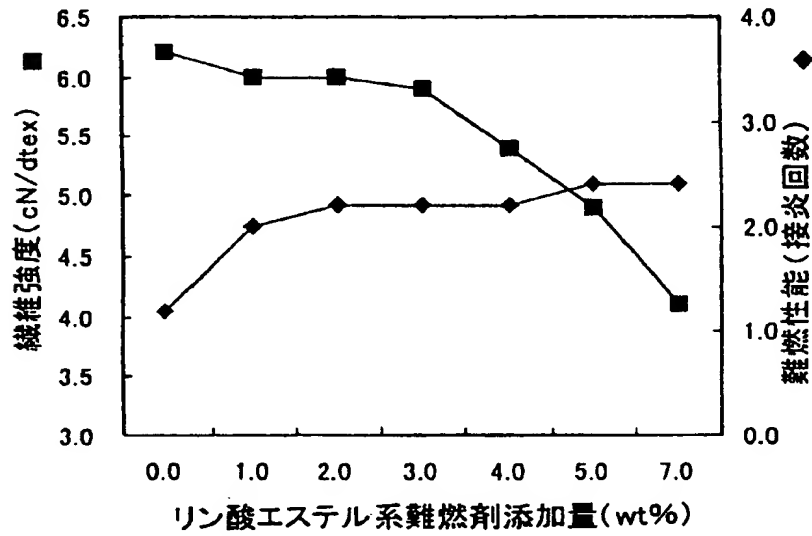
【図 1】

NOR型HALS系安定剤添加量と繊維強度・難燃性能



【図 2】

リン酸エステル系難燃剤添加量と繊維強度・難燃性能



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】優れた難燃性能と良好な繊維強度とを兼ね備え、且つ有毒ガスの発生のない難燃性ポリプロピレン繊維とその製造方法とを提供する。

【解決手段】メルトフロレート値が5～50 g / 10分のポリプロピレン樹脂に、NOR型ヒンダードアミン系安定剤を0.5～3.0重量%と、リン酸エステル系難燃剤を0.5～3.0重量%とを混合して紡出した未延伸糸を、延伸倍率2～7倍、延伸温度50～100℃の範囲で延伸し、更に60～140℃の温度で熱セットする。得られた難燃性ポリプロピレン繊維は、NOR型ヒンダードアミン系安定剤とリン酸エステル系難燃剤とが上述の範囲で含有されているため、十分な繊維強度と優れた難燃性能とを兼ね備えている。

認定・付加情報

| | |
|---------|---------------|
| 特許出願の番号 | 特願2000-104600 |
| 受付番号 | 50000435325 |
| 書類名 | 特許願 |
| 担当官 | 第六担当上席 0095 |
| 作成日 | 平成12年 4月 7日 |

<認定情報・付加情報>

| | |
|-------|-------------|
| 【提出日】 | 平成12年 4月 6日 |
|-------|-------------|

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000006035]

1. 変更年月日 1998年 4月23日
[変更理由] 住所変更
住 所 東京都港区港南一丁目6番41号
氏 名 三菱レイヨン株式会社